

METHOD FOR MANUFACTURING MAGNETIC RECORDING MEDIUM**Publication number:** JP2002025046**Publication date:** 2002-01-25**Inventor:** SHIMOKAWA KOICHI; TOMIYASU HIROSHI**Applicant:** HOYA CORP**Classification:**

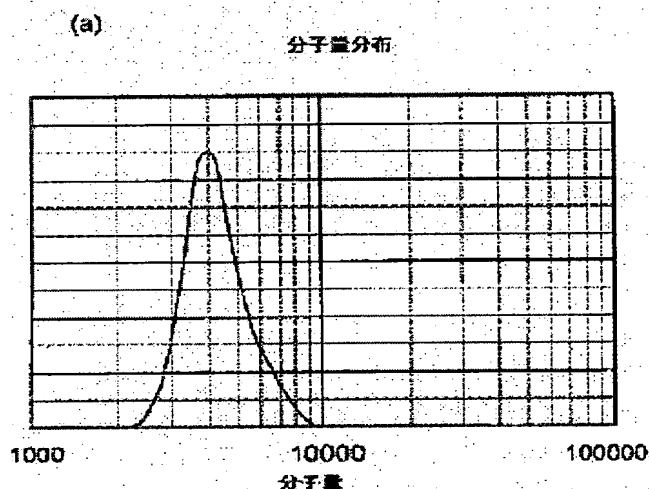
- international: **C10M107/38; C10M171/04; G11B5/84; C10M107/00;
C10M171/00; G11B5/84; (IPC1-7): G11B5/84;
C10M107/38; C10M171/04; C10N20/04; C10N40/18;
C10N70/00**

- european:**Application number:** JP20000199829 20000630**Priority number(s):** JP20000199829 20000630

Report a data error here

Abstract of JP2002025046

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a magnetic recording medium excellent in durability by using a lubricant having regulated mol.wt. **SOLUTION:** In the method for manufacturing a magnetic recording medium by forming at least a magnetic layer on a substrate and then forming a lubrication layer by vacuum vapor deposition, the lubrication layer is formed by using a lubricant refined to have regulated mol.wt. and depositing the vapor of the lubricant on the magnetic layer or on a protective layer formed on the magnetic layer.



(b)

Mw	Mn	Mw/Mn
4200	3925	1.07

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-25046

(P2002-25046A)

(43) 公開日 平成14年1月25日 (2002.1.25)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
G 1 1 B 5/84		G 1 1 B 5/84	B 4 H 1 0 4
C 1 0 M 107/38		C 1 0 M 107/38	5 D 1 1 2
171/04		171/04	
// C 1 0 N 20: 04		C 1 0 N 20: 04	
40: 18		40: 18	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 5 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-199829 (P2000-199829)

(22) 出願日 平成12年6月30日 (2000.6.30)

(71) 出願人 000113263

ホーヤ株式会社

東京都新宿区中落合2丁目7番5号

(72) 発明者 下川 貢一

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

(72) 発明者 富安 弘

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

(74) 代理人 100086368

弁理士 萩原 誠

Fターム(参考) 4H104 CD04A EA03A JA01 LA20

PA16

5D112 AA07 BC02 FA02

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体の製造方法

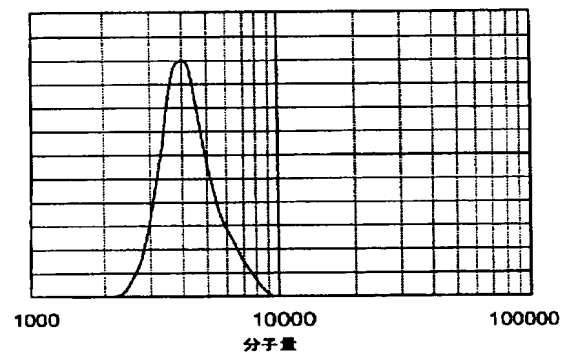
(57) 【要約】

【課題】 分子量が整った潤滑剤を用い、耐久性の優れた磁気記録媒体を提供する。

【解決手段】 基板上に少なくとも磁性層を形成した後、真空蒸着法によって潤滑層を形成する磁気記録媒体の製造方法において、分子量精製された潤滑剤を用い、潤滑剤蒸気を前記磁性層又は磁性層上に形成した保護層の表面に蒸着させることにより前記潤滑層を形成する。

(a)

分子量分布



(b)

Mw	Mn	Mw/Mn
4200	3925	1.07

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板上に少なくとも磁性層を形成した後、真空蒸着法によって潤滑層を形成する磁気記録媒体の製造方法において、分子量精製された潤滑剤を用い、潤滑剤蒸気を前記磁性層又は磁性層上に形成した保護層の表面に蒸着させることにより前記潤滑層を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項2】 前記潤滑剤は分子量分散度 (M_w/M_n) が1.3未満であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項3】 前記潤滑剤は分子量分散度 (M_w/M_n) が1.1以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項4】 前記潤滑剤は重量平均分子量が2,000~12,000の範囲内に精製されていることを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項5】 前記潤滑剤は、超臨界抽出法により精製したものであることを特徴とする請求項4に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項6】 前記潤滑剤がパーフロロポリエーテルであることを特徴とする請求項1乃至5のいずれか1に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気記録媒体の製造方法に係り、特に高精度に分子量の整った潤滑剤を用いて潤滑層を形成することのできる磁気記録媒体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】一般に、磁気記録媒体の最上層には、記録ヘッドとの接触摺動による抵抗を低減するために潤滑層が形成されており、使用する潤滑剤としてはパーフロロポリエーテル等が一般に用いられる。そして真空蒸着法により潤滑層を形成する方法が提案されている（特開平7-272268）。一般にこれまで真空蒸着法に用いていた市販のパーフロロポリエーテル系潤滑剤はその分子量が約1,000から約15,000まで分布が広がり、分子量分散度 (M_w/M_n) は約1.3程度である。また、その市販の潤滑剤は品質不安定成分である低分子量成分および未反応不純物成分が多く含まれており、真空蒸着法のように潤滑剤を加熱し、かつ真空にして潤滑剤を蒸発させた場合、低分子領域から蒸発して高分子領域へと徐々に蒸発して磁気記録媒体に蒸着されていく。すなわち、広い分子量分布ゆえに潤滑層形成工程において、真空蒸着法を用いた場合、その生産始まりと終わりとは平均分子量が全く異なった潤滑層を形成することになる。また、低分子領域と高分子領域とは潤滑剤加熱温度、真空度などを一定した条件で生産するこ

とができないので、制御が困難である。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】たとえば、1日の生産の中で、生産初期段階では潤滑剤中の低分子量領域から蒸着され、生産終了時には高分子量領域をもつ潤滑剤が媒体に蒸着することになり、1日の生産の中で全く分子量の異なった潤滑層を持った磁気記録媒体が生産される可能性がある。低分子量領域の潤滑層を持った磁気記録媒体は、高温雰囲気中においては潤滑層が低分子量であるため熱に弱く膜厚減少を起こす。したがって、設定された膜厚に対して薄くなり、CSS等の耐久性が非常に悪くなり最悪の場合クラッシュを引き起こす。また、高分子領域の潤滑層は低分子領域のそれに比べ非常に粘性が高いため、CSSなどでは磁気ヘッドがディスクへ吸着してしまうといった障害が引き起こされる。したがって、本発明の目的は、分子量が整った潤滑剤を真空蒸着法に用いることによって安定した潤滑層を形成し、かつ高温高湿あるいは低温低湿などのさまざまな環境下において耐久性に優れた磁気記録媒体を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】上記目的は、真空蒸着法に市販のパーフロロポリエーテル系の潤滑剤を、ゲル浸透クロマトグラフィー（以下GPCという）、超臨界抽出（以下SFEという）などの装置を使って分子量精製を行い、その精製された潤滑剤を真空蒸着法に用いることにより達成できる。

【0005】市販のパーフロロポリエーテル系の潤滑剤を、GPC、SFEなどの装置を使って分子量分散度 (M_w/M_n) を限りなく小さくし、それを真空蒸着によって磁気記録媒体に蒸着することで潤滑剤膜を形成する。ここで分子量分散度とは、潤滑剤の分子量の広がり示し、重量平均分子量 (M_w) と数平均分子量 (M_n) の比 (M_w/M_n) によって表わされる。使用するパーフロロポリエーテル系潤滑剤は液体潤滑剤、固体潤滑剤どちらでも良く、また片末端基、両末端基などは限定されない。また、末端基を変性させたものでも使うことができる。しかしながら、重量平均分子量は2,000~12,000までの範囲が良い。潤滑剤の重量平均分子量が2,000未満の場合、高温雰囲気中において膜厚減少が起こりやすく、CSS耐久性が劣化するので好ましくなく、12,000を超える場合、粘性が高くなることにより、CSSにおいて磁気ヘッドが磁気ディスクに吸着することになるので好ましくない。より好ましくは4,000~10,000の範囲が望ましい。また分散度 (M_w/M_n) は1.1以下であることがさらに望ましい。

【0006】上記パーフロロポリエーテル系潤滑剤の分子量を精製する手段として、GPC、SFEなどを用いると容易に分子量精製できる。その他、限界ろ過法、減

圧蒸留法、薄膜蒸留法、超臨界クロマト法、カラムクロマト法など上述した重量平均分子量および分散度 (M_w/M_n) を満足できるような分子量精製ができれば手法は問わない。中でも、SFEは分子量分散度が1.1以下の精製潤滑剤を容易に得ることができるので好ましい。上記潤滑剤を蒸着する対象物としては、特に制限はされないが、ハードディスクやフロッピー（登録商標）ディスク、磁気テープなど通常公知の方法により基板またはベースフィルム上に磁性層および保護層が形成されている磁気記録媒体が挙げられる。

【0007】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を実施例に基づいて詳細に説明する。図1は、本発明に用いた潤滑層真空蒸着装置の模式図で、この装置は真空チャンバー内で片面ずつ潤滑剤を蒸着するようになっており、片面の蒸着が終わると反転機構により磁気ディスクを反転させ、残りの面に蒸着するようになっている。真空度は流量調整可変バルブの調節により制御する。潤滑剤の蒸発源として、加熱ヒータを用いている。

【0008】図1において、1はステンレス製シャーレ、2は潤滑剤（GPCを使って精製したFomblin ZDOL2000：この時の重量平均分子量は4,000、 M_w/M_n は1.08である）、3は加熱用ヒータ、4は真空チャンバ、5は磁気ディスク、6はディスク用キャリア、7は流量調整用可変バルブ、8は真空排気用ロータリーポンプ、9は真空排気用ターボポンプである。

【0009】（実施例1）潤滑剤として、上記分子量精製を施したパーフロロポリエーテル系液体潤滑剤を用いた。潤滑剤2を10gステンレス製シャーレ1に供給し、加熱ヒータ3で加熱する。加熱源のステンレスシャーレ1の温度は、シース熱電対にて $80^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ に温度調節をおこなった。真空チャンバ4の中に、磁気ディスク5を設置し、真空チャンバ4内を 10^{-5}Torr になる様に調整し、10秒間放置した。その後反転機構により残りの面にも潤滑剤を蒸着させ、その後、真空排気用ロータリーポンプ8と真空排気用ターボポンプ9を停*

*止し、大気圧力になるまで放置し、磁気ディスクを取り出し、フーリエ変換赤外分光装置（FTIR）にて潤滑膜厚を測定した。磁気ディスク上に形成された潤滑膜厚は、10.0オングストロームであった。潤滑膜を形成するために使用した磁気ディスクは、ガラス基板上に、Cr下地層、CoCrPt磁性層、カーボン保護層を順次スパッタリングにて形成したサンプルを用いた。

【0010】（実施例2）SFE装置を使って精製したFomblin ZDOL2000の重量分子量は4,200、 M_w/M_n は1.07の潤滑剤を使用し真空蒸着法で蒸着した。

【0011】（実施例3）GPC装置を使って精製したFomblin ZDOL2000の重量平均分子量は3,000、 M_w/M_n は1.12の潤滑剤を使用し真空蒸着法で蒸着した。

【0012】（実施例4）GPC装置を使って精製したFomblin ZDOL2000の重量平均分子量は4,000、 M_w/M_n は1.25の潤滑剤を使用し真空蒸着法で蒸着した。

【0013】（比較例）精製していないFomblin ZDOL2000（重量平均分子量が2,600、 M_w/M_n は1.3）を上記磁気ディスクに蒸着すること以外は、実施例1～4と同様にしてサンプルを作製した。図2は比較例で使用した未精製潤滑剤のアウトジモン社（Ausimont）の潤滑剤ZDOL2000の分子量分布（a）と、その諸特性（b）を示したものである。これらの磁気ディスクを、MRヘッドスライダ（磁気抵抗型ヘッドスライダ）を用い、 60°C 、80%（高温高湿）、 5°C 、5%（低温低湿）における環境で5万回のCSS試験をおこなった。結果を表1に示す。また、MRヘッドスライダを用いて、ランブロード方式におけるヘッドと磁気ディスクの耐久試験であるヘッドのロード・アンロード試験を 60°C 、80%（高温高湿）、 5°C 、5%（低温低湿）の環境でおこなった。結果を表1に示す。

【0014】

【表1】

	平均分子量	分散度	CSS	μ	ロード・アンロード試験
実施例1	4000	1.08	>50K	1.5	>400K
実施例2	4200	1.07	>50K	1.5	>400K
実施例3	3000	1.12	>50K	2.0	>400K
実施例4	4000	1.25	>50K	2.5	>400K
比較例	2600	1.30	20K	4.2	200K

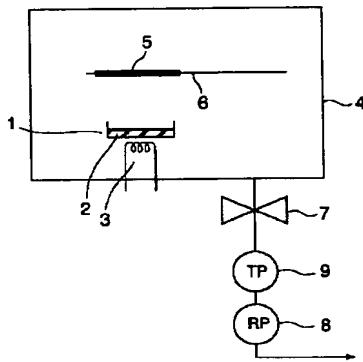
表1に示すように、真空蒸着に精製したパーフロロポリエーテルを用いた実施例の磁気ディスクは、精製せずに用いた比較例の磁気ディスクに比べて摩擦係数が小さく、50,000回のCSS耐久試験、400,000回のロード・アンロード試験において、吸着やクラッシュすることなく良好な耐久性が得られた。

【0015】上記実施例では、パーフロロポリエーテル系潤滑剤を例にあげたが、パーフロロアルキルポリエーテル、磁気記録媒体などすでに潤滑剤として公知のものならばいずれでもよい。また、真空蒸着法の利点として、溶剤を使わず記録媒体に潤滑剤を形成できることでコストダウンが可能である。また、ディップ法で形成し

ていたときには、ディスク表面には少なからず潤滑剤の膜斑が存在したが、真空蒸着法ではその心配がない。

【0016】（実施例5）図3は抽出圧力を14MPa、カラム温度80℃の条件下で超臨界抽出法により精製したAusimont ZDOL2000の各ロット毎の分子量分布（a）と、その諸特性（b）を示したものである。図2と図3とを比較してわかるように、潤滑剤を精製することにより分子量分布が狭まり、又、諸特性（重量平均分子量（Mw）、数平均分子量（Mn）、分散度（Mw/Mn））も向上することがわかる。又、これらの4種の精製した潤滑剤を用いて実施例1と同様に磁気ディスクを作製し、CSS試験、ロード・アンロード試験を行ったが、吸着やヘッドクラッシュすること*

【図1】



*なく良好な耐久性が得られた。

【0017】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、真空蒸着法によって高精度分子量の整った潤滑層を少なくとも磁性層が形成された基板上に形成することができるので、高温高湿や低温低湿などさまざまな環境において耐久性が良好な磁気記録媒体が得られるようになる。

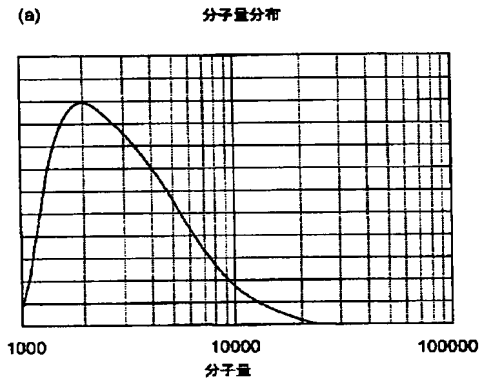
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に用いられる潤滑剤蒸着装置の模式図。

【図2】未精製潤滑剤の分子量分布とその諸特性を示す図。

【図3】精製した潤滑剤の分子量分布とその諸特性を示す図。

【図2】



(b)

Mw	Mn	Mw/Mn
2800	2000	1.3

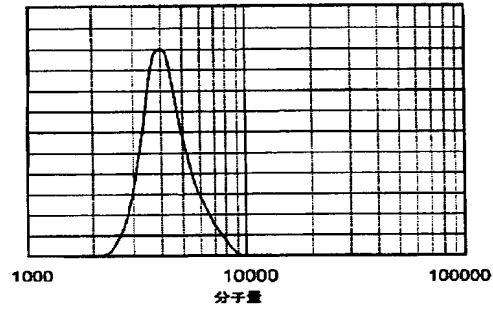
(5)

特開2002-25046

【図3】

(a)

分子量分布



(b)

Mw	Mn	Mw/Mn
4200	3925	1.07

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

C10N 70:00

識別記号

F I

C10N 70:00

テーマコード(参考)